

**MANUFACTURE OF OPTICAL FIBER BASE MATERIAL**

Pat nt Number: JP55158143  
Publication date: 1980-12-09  
Inv ntor(s): SUDO SHOICHI; others: 02  
Applicant(s): NIPPON TELEGR & TELEPH CORP  
Requested Patent: ☐ JP55158143  
Application Number: JP19790065016 19790528  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C03B37/00 ; C03B20/00  
EC Classification:  
Equivalents: JP1130102C, JP57028369B

---

**Abstract**

---

**PURPOSE:**To manufacture a long-sized optical fiber base material with high mechanical strength by separating a heat source for heating glass-forming gaseous compounds to synthesize glass fine particles from a heat source for sintering the particles.

**CONSTITUTION:**Glass forming gaseous compounds such as SiCl<sub>4</sub> and GeCl<sub>4</sub> fed into synthesizing torch 21 are converted into glass fine particles by hydrolysis or other reaction in a flame formed with combustion gases such as O<sub>2</sub> and H<sub>2</sub> or a hot gas stream of O<sub>2</sub>, He, Ar, H<sub>2</sub>O, etc., forming glass fine particle stream 22. Stream 22 hits against starting substrate 27, and particles deposite on the substrate 27 surface. Simultaneously with the deposition they are sintered with light beams such as CO<sub>2</sub> laser beams or infrared rays emitted from sintering heat source 23 such as halogen lamp and extended with lens 24, growing porous glass body 26. Substrate 27 is pulled with rotation as body 26 is grown, and body 26 is freed of bubbles by heating to manufacture an optical fiber base material.

---

Data supplied from the esp@cenet database - l2

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55—158143

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 03 B 37/00  
20/00  
// G 02 B 5/14

識別記号

庁内整理番号  
7730—4G  
7529—2H

⑭ 公開 昭和55年(1980)12月9日

発明の数 1  
審査請求 有

(全 4 頁)

⑮ 光ファイバ母材の製造方法

⑯ 特 願 昭54—65016

⑰ 出 願 昭54(1979)5月28日

⑱ 発 明 者 須藤昭一  
茨城県那珂郡東海村大字白方字  
白根162番地日本電信電話公社  
茨城電気通信研究所内

⑲ 発 明 者 河内正夫

茨城県那珂郡東海村大字白方字  
白根162番地日本電信電話公社  
茨城電気通信研究所内

⑳ 発 明 者 枝広隆夫  
茨城県那珂郡東海村大字白方字  
白根162番地日本電信電話公社  
茨城電気通信研究所内

㉑ 出 願 人 日本電信電話公社

㉒ 代 理 人 弁理士 中本宏

明 細 書

1 発明の名称 光ファイバ母材の製造方法

2 特許請求の範囲

- (1) ガラス形成用気体状化合物を加熱してガラス微粒子を合成し、次にガラス微粒子を加熱焼結して多孔質ガラス体を作製した後これを加熱脱泡する光ファイバ母材の製造方法において、ガラス微粒子の合成に使用する熱源とガラス微粒子の焼結に使用する熱源とを別個の熱源として分離することを特徴とする光ファイバ母材の製造方法。
- (2) ガラス微粒子の焼結に使用する熱源を調整することにより多孔質ガラス体の半径方向の焼結度を制御し、半径方向の中心部に空洞を有する多孔質ガラス体を作製する特許請求の範囲第(1)項記載の光ファイバ母材の製造方法。

3 発明の詳細な説明

本発明は光ファイバ母材の製造方法に関する。ガラス系光ファイバを製造する方法として、高純度の石英ガラス管内にコア層又はコア層及

びクラッド層を形成するガラス形成用気体状化合物をその酸化物として堆積させるいわゆる内付法(以下CVD法という)及びガラス形成用気体状化合物を加熱してガラス微粒子を出発基板上に堆積させると共に、これを焼結して多孔質ガラス体とし次に多孔質ガラス体を加熱、脱泡して透明な光ファイバ母材を作製し、この光ファイバ母材を熔融牽引して光ファイバを製造するいわゆる気相軸付法(以下VAD法という)が知られている。そしてCVD法における石英ガラス管及びVAD法における前記光ファイバ母材はいずれも高純度であることを要するのみならず、長尺の光ファイバを形成するに足る製件を満たすことが望まれている。

ところで第1図は従来のVAD法の実施に使用される装置の概略図であり、1はガラス微粒子合成トーチ(以下「合成トーチ」という)で、ガラス形成用気体状化合物、例えば $\text{SiCl}_4$ 、 $\text{O}_2$ 、 $\text{CO}_2$ 等(以下ガラス原料という)及び燃焼用ガス又は高圧ガスは、合成トーチ1内のそれぞれの注

(2)

(1)

路を通して廃出し、2で示す火炎又は高温ガス流を形成する。ガラス原料は、この火炎内又は高温ガス流内で加水分解反応又は熱酸化反応により酸化物例えば $SiO_2$ 、 $GeO_2$ の微粒子になり、3の多孔質ガラス体を形成する。4は排気ガスの調整器、5は反応保護容器である。次に3の多孔質ガラス体は6の $1600 \sim 1700^\circ C$ に加熱された発熱体により、加熱脱泡されて8の透明な光ファイバ母材になる。9は回転及び引上げ装置である。

以上の作製過程に示したように、従来、ガラス微粒子は、その合成に使われた熱源（火炎又は高温ガス流）と同じ熱源により焼結されて多孔質ガラス体が形成されるため、多孔質ガラス体の焼結度を自在に調整できず、このため加熱、脱泡後の透明な光ファイバ母材中に気泡が残留し易いこと及び多孔質ガラス体の機械的強度が弱く長い多孔質ガラス体が出来ないう欠点があつた。更に、ガラス原料の供給量を多くした場合、ガラス微粒子の合成に伴う吸熱( $SiO_2$

(3)

ある。

本発明によればガラス微粒子の合成に使用する熱源とガラス微粒子の焼結に使用する熱源とを別個に設けることによりガラス微粒子の合成に必要な反応条件及び多孔質ガラス体の焼結に必要な温度条件を別個に調整でき、これにより前記従来法の欠点を解決したものである。

又本発明においてはガラス微粒子合成用の熱源としてはガラス原料の酸化及び加水分解に必要な酸水素炎又は加熱水蒸気を含む高温ガス流を使用し、多孔質ガラス体を形成するための焼結用熱源はこれと別種の熱源、例えば $CO_2$ レーザー光、ヘロゲンランプ等の赤外光源からの光ビームを使用することができる。したがって多孔質ガラス体の所定の性質例えばかさ密度に対応して焼結用熱源を選択することができる。図2図は焼結温度( $^\circ C$ )とかさ密度( $g/cm^3$ )との関係を示すグラフでありAは $SiO_2$ 、Bは $SiO_2-GeO_2$ (10モル%)、Cは $SiO_2-GeO_2$ (20モル%)の組成のガラスについてのグラフを示す。例え

(5)

から $SiO_2$ になる反応では1モル当り56Kcalの吸熱熱がある。)が増加するため、火炎又は高温ガス流の温度が低下し、このため合成されたガラス微粒子が焼結されず、丸粒状の多孔質ガラス体が形成されないという欠点があつた。又これらの欠点からVAD法を光ファイバ母材としての石英ガラス管の製造に適用するという着想は未だなされなかつた。

本発明は前記現状に鑑みてなされたもので、その目的は機械的強度が大であり、かつ長尺の光ファイバ母材の製造方法を提供することである。

前記目的を達成する本発明の光ファイバ母材の製造方法はガラス形成用気体状化合物を加熱してガラス微粒子を合成し、次にガラス微粒子を加熱、焼結して多孔質ガラス体を作製した後これを加熱脱泡する光ファイバ母材の製造方法において、ガラス微粒子の合成に使用する熱源とガラス微粒子の焼結に使用する熱源とを別個の熱源として分離することを特徴とするもので

(4)

は図2図の曲線Bにおいて、焼結温度 $500^\circ C$ でのかさ密度は約 $0.2 g/cm^3$ 、同じく $1000^\circ C$ でのかさ密度は $1.0 g/cm^3$ 、更に焼結温度を高くすると、 $1400^\circ C$ 程度では透明な石英のかさ密度である $2.2 g/cm^3$ に略等しくなり、 $1500^\circ C$ 以上では透明な石英ガラスになる。したがって焼結に際して高いかさ密度を得ようとするれば、その焼結温度に適する熱源を選択すれば良いことは明らかである。

前記の手段はVAD法を光ファイバ母材である石英ガラス管の製造に適用した場合に利点がある。すなわち焼結用熱源からの光ビームを直接又は集光して多孔質ガラス体の表面の中心に照射すると、該ガラス体の中心部はかさ密度が大きくなると共にその外周方向に収縮して、空洞が形成される。この中心部に空洞を有する多孔質ガラス体を $1400^\circ C$ 程度の高温下に加熱、脱泡して透明ガラス化すれば空洞を有する透明な光ファイバ母材(石英ガラス管)が得られる。更にこの方法で光ビームの強又は出力を調整す

(6)

ることにより、空洞部の直径、石英ガラス管の内厚を調整できるほか、多孔質ガラス体の段階で、800℃、0℃等の脱水剤を作用して該ガラス体中のOH基又はH<sub>2</sub>O分子を除去すれば、非常にOHイオン含有量の小さい高純度石英ガラス管が得られる。

次に本発明を実施例について説明するが、本発明はこれによりなら限定されるものではない。

#### 実施例1

第3図は本実施例において使用した装置の概略図であり、21は合成トーチ、22はガラス粒子、及び火炎又は、高温ガス流、23は焼結用熱源、24はレンズ、25は光ビーム、26は多孔質ガラス体、27は出発基板である。合成トーチ21内に供給されたガラス原料(BiO<sub>2</sub>、GeO<sub>2</sub>等)は、O<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>等の焼結用ガスによつて形成される火炎又はO<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>、Ar、H<sub>2</sub>O等の高温ガス流体内において、加水分解反応等によりガラス微粒子となり、22で示したガラス微粒子

(7)

流を形成する。ガラス微粒子流は、出発基板27に衝突し、ガラス微粒子が基板表面に付着堆積する、と同時に、焼結用熱源23(たとえば、CO<sub>2</sub>レーザー光、ヘロゲンランプ光等の赤外光源)から発せられレンズ24により拡大された光ビームによつて焼結され多孔質ガラス体26が成長する。基板27は回転(5~50rpm)し、から多孔質ガラス体の成長に合わせて引き上げられ、更に加熱、脱泡されて光ファイバ母材が製造される。なお加熱、脱泡は従来の装置と同様な装置で行なわれるので図示しない。

前記装置及び操作方法により、ただし焼結用熱源を作動させることなく、合成トーチにガラス原料(BiO<sub>2</sub>)を3g/分、1000℃の高温ガス流(O<sub>2</sub>、Ar、H<sub>2</sub>、H<sub>2</sub>O)を10L/分流して加水分解反応によりガラス微粒子を生成し、これを出発基板に付着、堆積させた。この場合反応に伴う吸熱のため高温ガス温度は700℃に低下し、出発基板上の多孔質ガラス体のかさ密度は0.1g/cm<sup>3</sup>以下となり、長さ100mm以上

(8)

の多孔質ガラス体は形成されなかつた。

焼結用熱源として100WのCO<sub>2</sub>レーザーを照射して多孔質ガラス体の成長面上の温度を1200℃まで上昇させたところ、そのかさ密度は0.3g/cm<sup>3</sup>まで向上し、長さ800mm以上の多孔質ガラス体が形成された。

以上の実験から明らかなように、更にガラス原料の供給量を増加した場合でも、焼結用熱源の光ビームの出力を増加すれば、多孔質ガラス体のかさ密度を十分大きくでき、長い多孔質ガラス体を容易に作成できる。

#### 実施例2

第4図は本実施例における石英ガラス管製造の実施態様図である。図中31は合成トーチ、32は高温ガス及びガラス微粒子流、33は焼結用熱源、34は空洞、35は多孔質ガラス体、36は出発基板である。

合成トーチにガラス原料(BiO<sub>2</sub>)を1g/分、1000℃の高温ガス流を10L/分流して基板上にガラス微粒子を付着、堆積させると共に

(9)

焼結用熱源として8mmφ、100WのCO<sub>2</sub>レーザービームを多孔質ガラス体の中心部に照射して、中心部の温度を約1400℃に上昇させると、そのかさ密度は約2.0g/cm<sup>3</sup>程度となるが、体的には小さくその成長速度は毎分0.1~0.15mmとなる。一方多孔質ガラス体の周辺部の成長速度は毎分1mmであるため、多孔質ガラス体の中心部には10mmφ程度の空洞が形成された。この焼結された空洞を有する多孔質ガラス体を1600℃に加熱し、脱泡を行うと、石英ガラス管が得られた。

以上の説明から明らかなように本発明によれば、ガラス微粒子合成用熱源と焼結用熱源とを分離し、各々別の熱源を用いて多孔質ガラス体を作製するため、ガラス原料の供給量を増加して高速で多孔質ガラス体の作製を行なう場合でも該多孔質ガラス体のかさ密度を高くし、機械的強度を強くできるため、長い多孔質ガラス体を容易に作製でき、さらには透明な光ファイバ母材の作製速度(単位時間当りの作製量)を向

00

上できる利点がある。

又本発明によれば焼結用熱源の光ビームを多孔質ガラス体の中心部に集光して照射することにより中心部に空洞を有する多孔質ガラス体を作製でき、これを透明ガラス化すれば石英ガラス管が得られるため、長手方向に均一で、長尺の高純度石英ガラス管を作製できる利点がある。又多孔質ガラス体の寸法を大きくすれば作製される石英ガラス管の寸法も大きくできるため、外径が大きく、肉厚の石英管を作製できる利点があり、したがってこのようにして得られた高純度の石英管を光ファイバ母材の作製に使用すれば、光ファイバの諸特性、特に強度と光損失を改善できる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は従来のVAD法の実施に使用される装置の概略図、第2図は多孔質ガラス体の焼結温度とかさ密度と関係を示すグラフ、第3図は本発明の実施に当り使用する装置の概略図、第4図は本発明の一具体例の実施態様図である。

1 - 合成トーチ、2 - ガラス微粒子及び火炎又は高温ガス流、3 - 多孔質ガラス体、4 - 排気ガスの調整器、5 - 反応保護容器、6 - 発熱体、7 - 電気炉体、8 - 光ファイバ母材、9 - 回転引上げ装置

21 - 合成トーチ、22 - 高温ガス及びガラス微粒子流、23 - 焼結用熱源、24 - レンズ系、25 - 光ビーム、26 - 多孔質ガラス体、27 - 出発基板

31 - 合成トーチ、32 - 高温ガス及びガラス微粒子流、33 - 焼結用熱源、34 - 空洞、35 - 多孔質ガラス体、36 - 出発基板

特許出願人 日本電信電話公社

代理人 中本 宏

